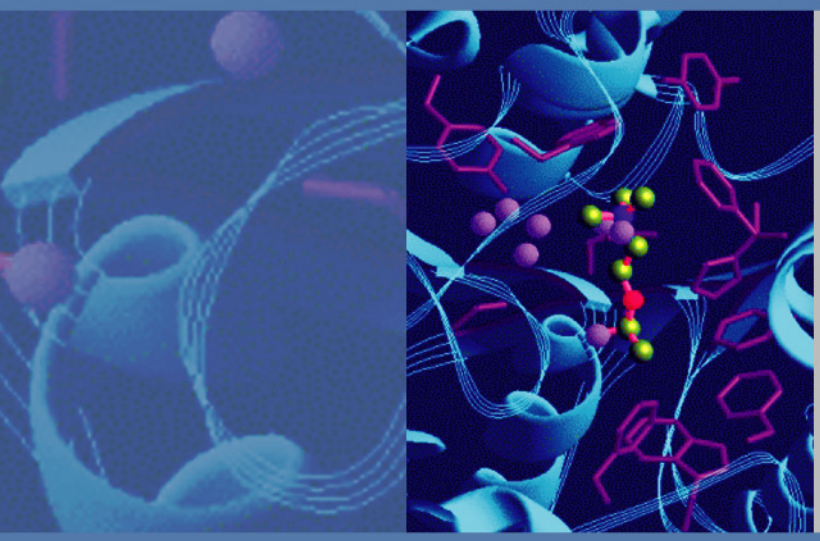


Sonda HESI-II

Guía del usuario

70005-97203 Revisión B Septiembre de 2008

Thermo SCIENTIFIC

© 2008 Thermo Fisher Scientific Inc. Reservados todos los derechos.

KEL-F es marca comercial registrada de 3M Corporation en Estados Unidos y en otros países. Upchurch Scientific es marca comercial registrada de Upchurch Scientific Inc. en Estados Unidos y en otros países. PEEK es una marca comercial de Victrex PLC. Ion Max y HESI-II son marcas comerciales de Thermo Fisher Scientific Inc.

Todas las demás marcas comerciales son propiedad de Thermo Fisher Scientific Inc. y sus filiales.

Thermo Fisher Scientific Inc. suministra este documento a sus clientes cuando adquieren un producto con el fin de que lo apliquen al utilizar dicho producto. Este documento está protegido por la ley de propiedad intelectual y está estrictamente prohibida su reproducción total o parcial, excepto con la autorización por escrito de Thermo Fisher Scientific Inc.

El contenido de este documento está sujeto a modificaciones sin previo aviso. Toda la información técnica de este documento se incluye sólo con fines de referencia. Las especificaciones y configuraciones de sistema descritas en este documento sustituyen a toda la información anterior recibida por el comprador.

Thermo Fisher Scientific Inc. no garantiza que la información de este documento sea completa, exacta o no contenga errores, y no asume ninguna responsabilidad ni obligación por posibles errores, omisiones, daños o pérdidas que puedan derivar del uso de este documento, incluso aunque se siga correctamente la información incluida en el documento.

Este documento no constituye ningún elemento contractual entre Thermo Fisher Scientific Inc. y el comprador. Este documento no regirá ni modificará en forma alguna ninguno de los Términos y Condiciones de Venta, Términos y Condiciones de Venta que prevalecerán en caso de conflicto entre la información de ambos documentos.

Historial de versiones: Revisión A junio de 2008, Revisión B septiembre de 2008

Sólo para uso en investigación. No reglamentado para diagnóstico médico o veterinario por la Dirección de Alimentos y Medicamentos de los EE.UU. (FDA) ni otras autoridades competentes.

WEEE Compliance

This product is required to comply with the European Union's Waste Electrical & Electronic Equipment (WEEE) Directive 2002/96/EC. It is marked with the following symbol:

Thermo Fisher Scientific has contracted with one or more recycling or disposal companies in each European Union (EU) Member State, and these companies should dispose of or recycle this product. See www.thermo.com/WEEERoHS for further information on Thermo Fisher Scientific's compliance with these Directives and the recyclers in your country.

WEEE Konformität

Dieses Produkt muss die EU Waste Electrical & Electronic Equipment (WEEE) Richtlinie 2002/96/EC erfüllen. Das Produkt ist durch folgendes Symbol gekennzeichnet:

Thermo Fisher Scientific hat Vereinbarungen mit Verwertungs-/Entsorgungsfirmen in allen EU-Mitgliedsstaaten getroffen, damit dieses Produkt durch diese Firmen wiederverwertet oder entsorgt werden kann. Mehr Information über die Einhaltung dieser Anweisungen durch Thermo Fisher Scientific, über die Verwerter, und weitere Hinweise, die nützlich sind, um die Produkte zu identifizieren, die unter diese RoHS Anweisung fallen, finden Sie unter www.thermo.com/WEEERoHS.

Conformité DEEE

Ce produit doit être conforme à la directive européenne (2002/96/EC) des Déchets d'Equipements Electriques et Electroniques (DEEE). Il est marqué par le symbole suivant:

Thermo Fisher Scientific s'est associé avec une ou plusieurs compagnies de recyclage dans chaque état membre de l'union européenne et ce produit devrait être collecté ou recyclé par celles-ci. Davantage d'informations sur la conformité de Thermo Fisher Scientific à ces directives, les recycleurs dans votre pays et les informations sur les produits Thermo Fisher Scientific qui peuvent aider la détection des substances sujettes à la directive RoHS sont disponibles sur www.thermo.com/WEEERoHS.

Conformidad WEEE

Este producto debe cumplir la Directiva 2002/96/CE de la Unión Europea sobre Desechos eléctricos y de equipos electrónicos (WEEE). Está marcado con el símbolo siguiente:

Thermo Fisher Scientific ha contactado con una o varias empresas de reciclaje o eliminación de residuos en cada país miembro de la Unión Europea (EU) y dichas empresas deben eliminar o reciclar este producto. Consulte www.thermo.com/WEEERoHS para obtener más información sobre el cumplimiento de estas directivas por parte de Thermo Fisher Scientific y sobre las empresas de reciclaje de su país.

Contenido

Prefacio . . . . . **vii**
Avisos de seguridad y especiales vii
Precauciones para el manejo de la sonda HESI-II. vii
Cómo contactar ix

Capítulo 1 **Introducción** **1**

Capítulo 2 **Descripción del funcionamiento** **5**

Capítulo 3 **Extracción e instalación de la sonda HESI-II** **9**
Extracción de la sonda HESI-II 9
Instalación de la sonda HESI-II 13
Ajuste de la posición de la sonda. 17

Capítulo 4 **Mantenimiento** **19**
Limpieza de la línea de transferencia, el tubo de muestras y la sonda HESI-II. . . 19
Sustitución del introductor de la aguja 20

Capítulo 5 **Piezas reemplazables** **25**

Índice analítico **27**

Prefacio

Esta *guía del usuario de la sonda HESI-II* le ofrece información sobre cómo utilizar la sonda de ionización por electrospray calentado. Además, también explica procedimientos y mantener la sonda HESI-II™.

Avisos de seguridad y especiales

Asegúrese de tener en cuenta las declaraciones preventivas incluidas en este manual. Los avisos de seguridad y especiales aparecen en recuadros.

Los avisos de seguridad y especiales incluyen lo siguiente:

PRECAUCIÓN Resalta riesgos para las personas, la propiedad o el medio ambiente. Cada aviso de PRECAUCIÓN va acompañado del correspondiente símbolo de PRECAUCIÓN.

IMPORTANTE Resalta información necesaria para evitar daños al software, pérdida de datos o invalidación de de resultados de pruebas. También puede contener información esencial para el rendimiento óptimo del sistema.

Nota Resalta información de interés general.

Sugerencia Destaca información útil que puede facilitar una tarea.

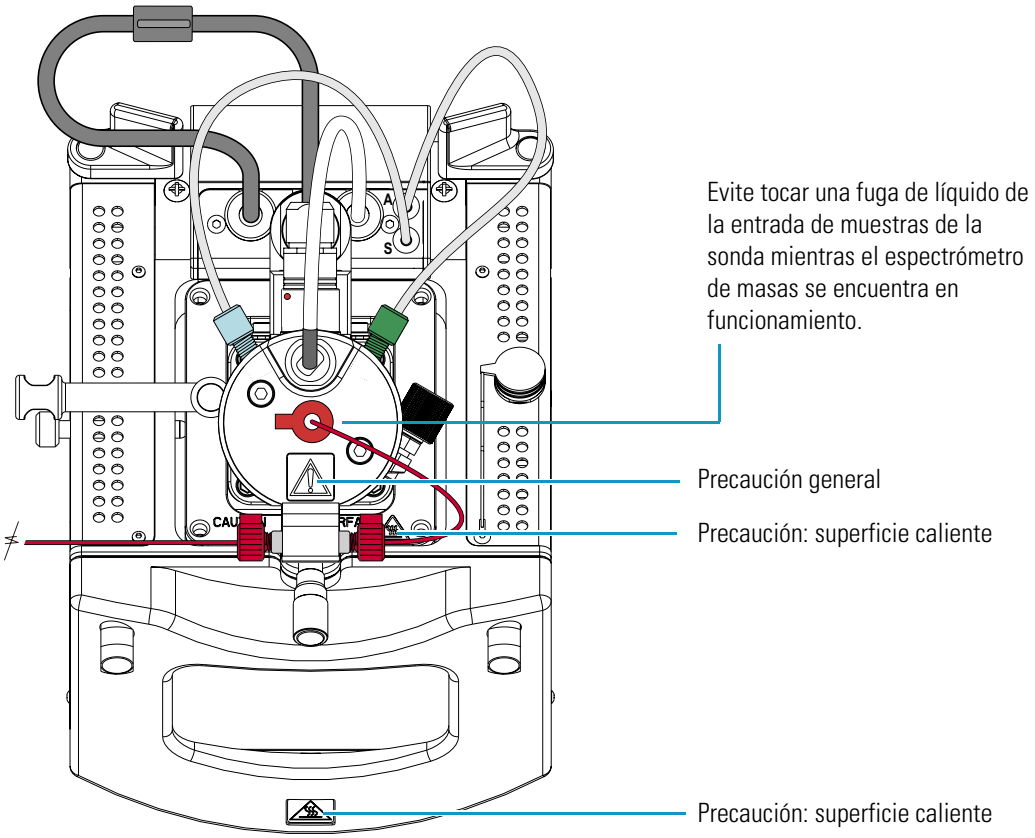
Precauciones para el manejo de la sonda HESI-II

Cuando utilice el espectrómetro de masas en el modo de electrospray calentado, **no** toque las superficies calientes de la sonda HESI-II ni el alojamiento de la fuente API Ion Max. Si toca las superficies calientes de la sonda o el alojamiento de la fuente, puede sufrir quemaduras cuando la sonda funciona al margen habitual de temperatura de 350 a 450 °C.

PRECAUCIÓN EVITE SUFRIR QUEMADURAS. A las temperaturas de funcionamiento típicas (350 a 450 °C), la sonda HESI-II puede ocasionarle quemaduras graves. Antes de retirar la sonda del alojamiento de la fuente API, deje que la sonda se enfríe a temperatura ambiente (durante aprox. 20 minutos) antes de tocarla.

Si está utilizando el espectrómetro de masas en el modo de electrospray calentado y observa fugas de líquido de la entrada de la muestra, coloque dicho espectrómetro en el modo de espera (Standby) antes de apretar el racor para eliminar la fuga.

PRECAUCIÓN EVITE DESCARGAS ELÉCTRICAS. No apriete el racor de entrada de muestras de la sonda para eliminar una fuga de líquido mientras el espectrómetro de masas se encuentre en funcionamiento. Si toca una fuga de líquido de la entrada de muestras de la sonda mientras el espectrómetro de masas se encuentra en funcionamiento, podría sufrir una descarga eléctrica.


Evite tocar una fuga de líquido de la entrada de muestras de la sonda mientras el espectrómetro de masas se encuentra en funcionamiento.
Precaución general
Precaución: superficie caliente
Precaución: superficie caliente

Cómo contactar

Existen varias posibilidades de contactar con Thermo Fisher Scientific para obtener cualquier tipo de información.

❖ Para contactar con el Servicio técnico

Tel.:	800-532-4752
Fax:	561-688-8736
Correo electrónico	us.techsupport.analyze@thermofisher.com
Base de conocimientos	www.thermokb.com

Para descargar actualizaciones y utilidades vaya a www.mssupport.thermo.com.

❖ Si desea contactar con el Servicio al cliente para informarse sobre los pedidos

Tel.:	800-532-4752
Fax:	561-688-8731
Correo electrónico	us.customer-support.analyze@thermofisher.com
Sitio web	www.thermo.com/ms

❖ Para copiar manuales de Internet

Vaya a mssupport.thermo.com y haga clic en **Customer Manuals** en el margen izquierdo de la ventana.

❖ Para solicitar ayuda o sugerir cambios en la documentación

- Rellene la encuesta de lectores en línea en www.thermo.com/lcms-techpubs.
- Envíe un mensaje por correo electrónico al editor de publicaciones técnicas en techpubs-lcms@thermofisher.com.

Introducción

La ionización por electrospray calentado (H-ESI) transforma los iones de la solución en iones en la fase de gas utilizando la ionización por electrospray (ESI) en combinación con gas auxiliar calentado. Puede utilizar una H-ESI para analizar cualquier compuesto polar que convierta un ión preformado en solución.

Los compuestos básicos (como son las aminas) pueden formar una molécula protonada $[M + H]^+$, por lo que los compuestos acídicos (como son los ácidos sulfónicos) pueden formar una molécula desprotonada [M -? $H]^-$. En el modo de polaridad de iones positivos, la molécula protonada produce un pico a un valor *m/z* de M + 1, donde M es igual a la masa de la molécula original. En el modo de polaridad de iones negativos, la molécula desprotonada produce un pico a un valor *m/z* de M - 1, donde M es igual a la masa de la molécula original.

Como la química de soluciones es el factor principal que afecta a los espectros de masas en ESI, otros complejos de inclusión incluyen los iones de sodio (Na^+) que producen un valor *m/z* de $[M + 23]^+$; iones de potasio (K^+), que producen un valor *m/z* de of $[M + 39]^+$; y iones de amonio (NH_4^+) que producen un valor *m/z* de $[M + 18]^+$.

En este capítulo se describen los principios de la técnica de ionización por electrospray calentado a través del uso de la sonda HESI-II (consulte la Figura 1) y de un espectrómetro de masas de Thermo Scientific.

Figura 1. Sonda HESI-II

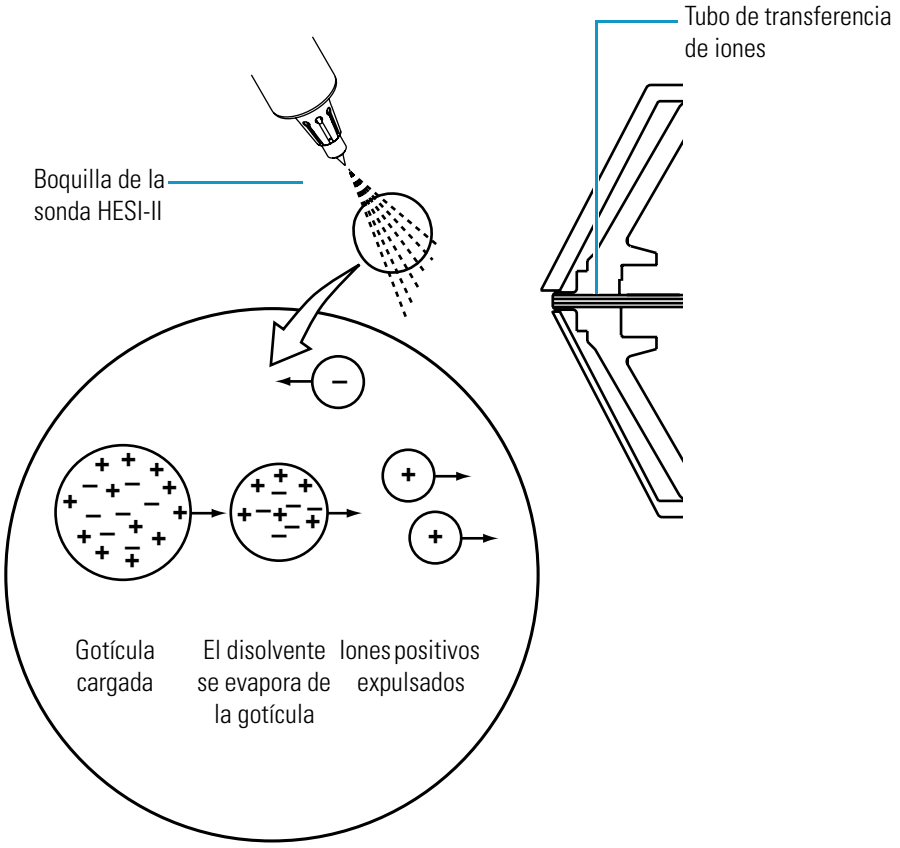
Con la ionización H-ESI, un espectrómetro de masas puede analizar una gama de pesos moleculares superiores a 100 000 u gracias a la carga múltiple. H-ESI resulta especialmente útil para el análisis de masa de componentes polares, que incluyen polímeros biológicos (por ejemplo, proteínas, péptidos, glucoproteínas y nucleótidos); productos farmacéuticos y sus metabolitos; y polímeros industriales (por ejemplo, glicoles de polietileno).

En H-ESI, los iones se producen e introducen en el espectrómetro de masas tal como se indica a continuación:

1. La solución de muestra entra en la aguja ESI, que recibe un alto voltaje.
2. La aguja ESI pulveriza la solución de muestras como una fina nebulosa de gotículas que están cargadas eléctricamente en su superficie.
3. La densidad de la carga eléctrica en la superficie de las gotículas aumenta cuando el disolvente se evapora de las gotículas. En la ionización por electrospray calentado la adición de gas calentado auxiliar contribuye a la evaporación del disolvente.
4. La densidad de la carga eléctrica en la superficie de las gotículas aumenta hasta un punto crítico conocido como límite de estabilidad de Rayleigh. En este punto crítico, las gotículas se dividen en gotículas menores porque la repulsión electrostática es mayor que la tensión de la superficie. El proceso se repite muchas veces para formar gotículas diminutas.
5. La repulsión electrostática expulsa iones de muestra a partir de las gotículas diminutas, altamente cargadas en la fase de gas.
6. Los iones de muestra se introducen en el espectrómetro de masas a través del tubo de transferencia de iones.

La Figura 2 muestra los pasos de la formación de iones a partir de gotículas altamente cargadas.

Figura 2. Proceso H-ESI en el modo de polaridad de iones positivos


Tubo de transferencia de iones
Boquilla de la sonda HESI-II
Gotícula cargada
El disolvente se evapora de la gotícula
Iones positivos expulsados

Puede utilizar la sonda HESI-II en el modo de polaridad de iones positivos o negativos. La elección del modo de polaridad de los iones viene determinada por la polaridad de los iones preformados de la solución: Las moléculas ácidas forman iones negativos en la solución y las moléculas básicas forman iones positivos. Como la expulsión de los iones de muestra resulta más fácil cuando la carga iónica y la carga de superficie de las gotículas tienen la misma polaridad, puede utilizar la polaridad de iones positivos para analizar los iones positivos, y el modo de polaridad de iones negativos para analizar los iones negativos.

Los iones de la muestra pueden llevar una sola carga o varias cargas. El número de cargas transportadas por un ión depende de la estructura del analito de interés y del disolvente del portador. (En H-ESI, tanto el tampón como la fuerza del tampón tienen un considerable efecto sobre la sensibilidad, por lo que es importante elegir correctamente estas variables). En el caso de las proteínas o péptidos de mayor peso molecular, el espectro de masa resultante consta normalmente de una serie de picos que se corresponden con una distribución de iones de analito cargados de varias formas.

El tamaño de la gotícula, la carga de la superficie, la tensión superficial del líquido, la volatilidad del disolvente y la fuerza de solvatación del ión son factores que afectan al proceso de ionización H-ESI. Por su parte, las gotículas de gran tamaño con tensión superficial alta, la volatilidad baja, la solvatación de iones intensa, carga superficial baja y la conductividad alta impiden la electronebulización adecuada.

Los disolventes orgánicos, como el metanol, el acetonitrilo y el alcohol isopropílico, son superiores al agua en la ionización H-ESI. Los ácidos y bases volátiles son adecuados, pero las sales con concentración superior a 10 mM y los ácidos y bases fuertes son extremadamente perjudiciales.

Siga estas normas para lograr un buen electrospray:

- Mantenga alejadas las sales del sistema de disolventes.
- Utilice sistemas de disolvente orgánico/acuoso y ácidos y bases volátiles.
- Optimice el pH del sistema de disolventes.

La Tabla 1 muestra la configuración inicial del electrospray calentado para diferentes caudales de líquido en una solución acuosa al 50 por ciento. Estos ajustes iniciales proporcionan un punto de partida para optimizar el rendimiento del sistema. Consulte la *guía de procedimientos iniciales de la serie TSQ* para obtener información sobre cómo optimizar el rendimiento del sistema para su compuesto.

Para obtener óptimos resultados, evite utilizar la HESI-II a temperaturas elevadas sin un flujo de disolvente desde el sistema LC o la bomba de la jeringa. Si deja que la sonda HESI-II funcione en seco a temperaturas elevadas, puede producirse una obstrucción de la aguja metálica reemplazable (consulte "Sustitución del introductor de la aguja" en la página 20).

Tabla 1. Opciones de configuración iniciales del electrospray calentado

Caudal de líquidos (µL/min)	Temperatura del tubo de transferencia de iones (°C)	Temperatura del vaporizador H-ESI (°C)*	Presión del gas envolvente (psi)	Caudal de gas auxiliar (unidades arbitrarias)	Tensión de pulverización (V)	Consumo de gas de nitrógeno típico (l/min)
5	240	Entre Off y 50	5	0	+3000 (-2500)**	<1
200	350	Entre 250 y 350	35	10	+3000 (-2500)	8
500	380	Entre 300 y 550	60	20	+3000 (-2500)	13
1000	400	550	75	30	+3000 (-2500)	17

*En función del compuesto

**Modo de iones negativos

Descripción del funcionamiento

La sonda HESI-II produce gotículas de aerosol cargadas que contienen iones de muestra. La sonda HESI-II aloja caudales de líquido comprendidos entre 1 µl/min y 1 ml/min sin división de flujo.

Los componentes extraíbles de la sonda HESI-II son la tapa final, que está sujeta al cuerpo de la sonda con tornillos de cabeza cilíndrica con hexágono interior, y el introductor de la aguja, que está enroscado en el cuerpo de la sonda (consulte la Figura 3). La tapa final incluye la alimentación directa de alto voltaje y el puerto de entrada de muestras. Los componentes externos del cuerpo de la sonda son el soporte de la unión de puesta a tierra, el zócalo del conector del cable del vaporizador, el manguito de la sonda con marcadores de profundidad y la boquilla de la sonda (consulte la Figura 3 y la Figura 4).

Figura 3. Componentes extraíbles de la sonda HESI-II

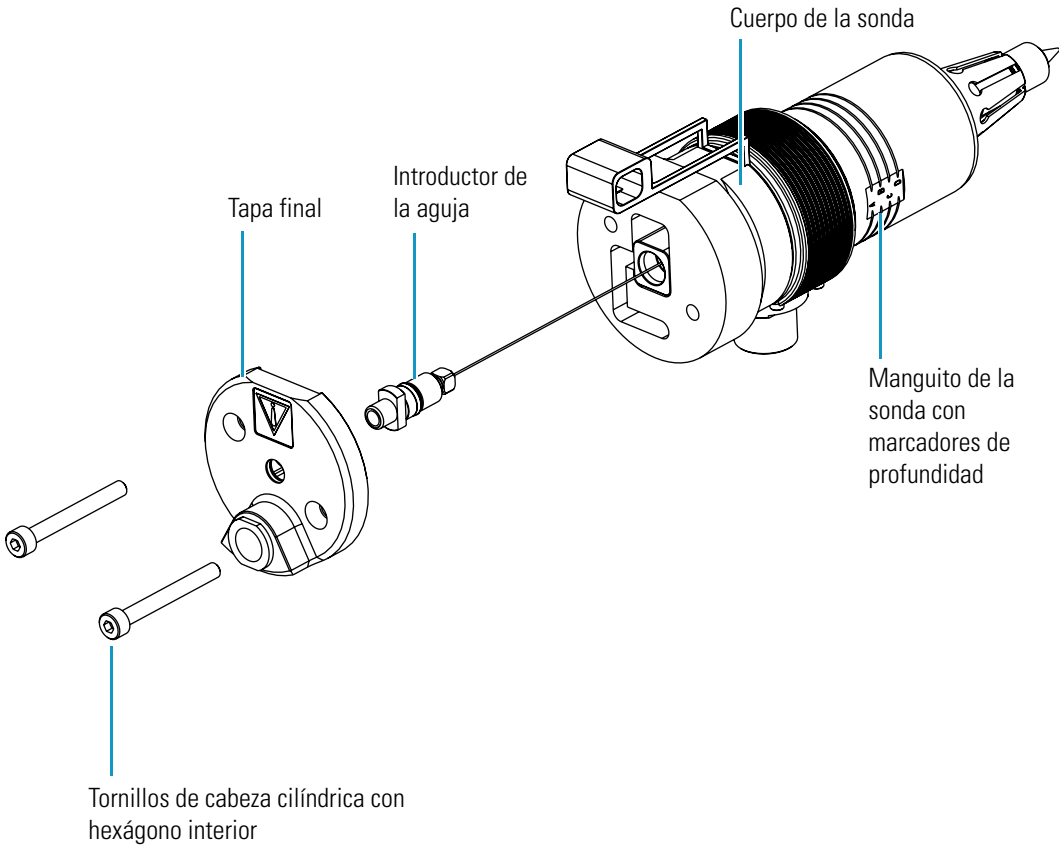
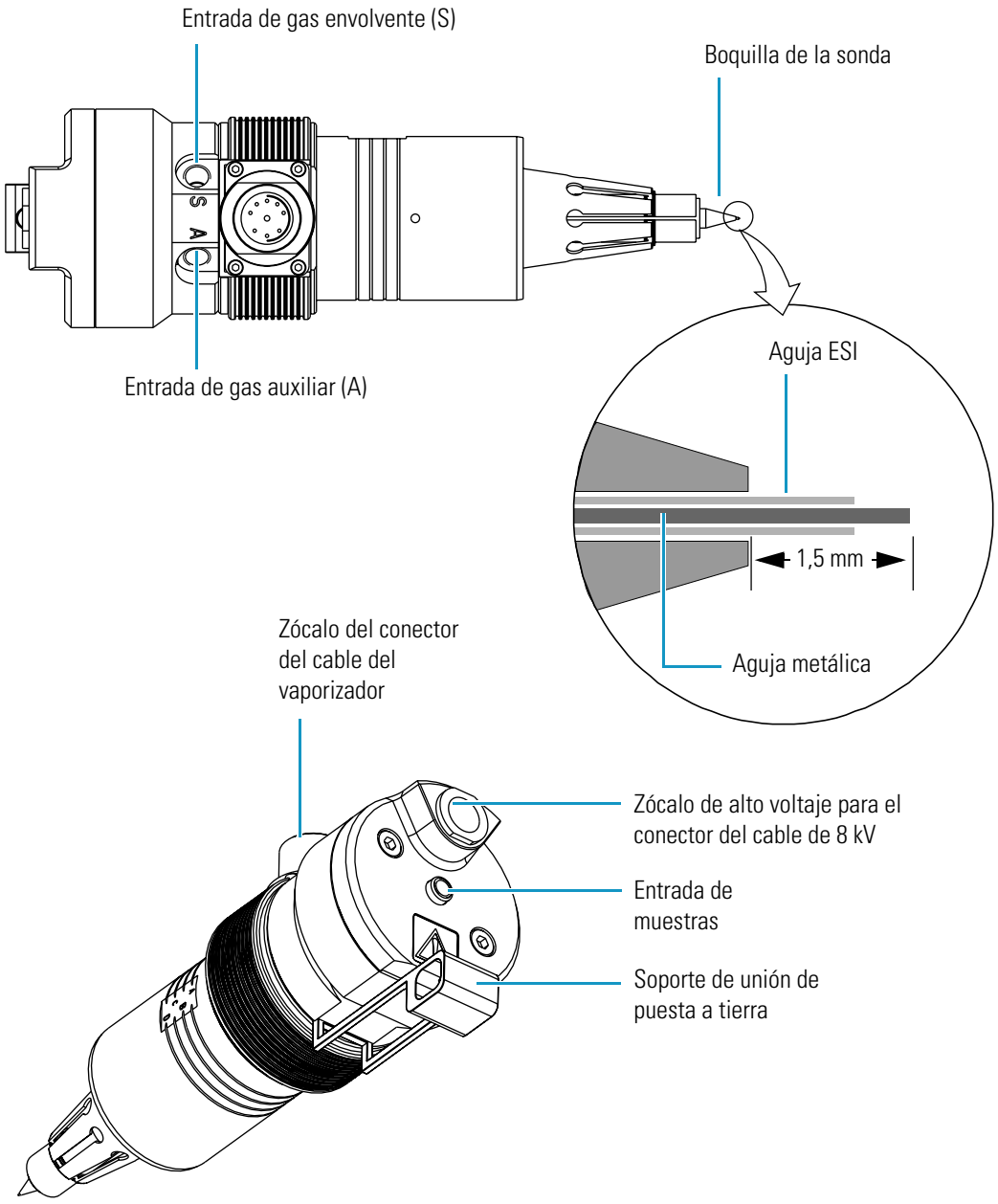

Cuerpo de la sonda
Introductor de la aguja
Tapa final
Manguito de la sonda con marcadores de profundidad
Tornillos de cabeza cilíndrica con hexágono interior

Figura 4. Vistas de la sonda HESI-II


Entrada de gas envolvente (S)
Boquilla de la sonda
Entrada de gas auxiliar (A)
Aguja ESI
1,5 mm
Aguja metálica
Zócalo del conector del cable del vaporizador
Zócalo de alto voltaje para el conector del cable de 8 kV
Entrada de muestras
Soporte de unión de puesta a tierra

La muestra y el disolvente entran y salen de la sonda HESI-II a través del introductor de la aguja que sobresale del puerto de entrada de la muestra en la parte posterior de la sonda y desde la boquilla en la parte delantera de la sonda (consulte la Figura 4). El introductor de la aguja (consulte la Figura 3 en la página 5) incluye una unión ajustable, un racor guía de la aguja con guarnición metálica, una aguja ESI y una aguja metálica. La unión ajustable se usa para ajustar la parte saliente de la punta del introductor de la aguja desde la boquilla de la sonda (consulte la Figura 4).

Una tensión negativa o positiva se aplica a la aguja ESI (normalmente ±3 a ±5 kV), que pulveriza la solución de muestras como una fina nebulosa de gotículas cargadas. La boquilla de la sonda dirige el caudal del gas envolvente y del gas auxiliar a la gotículas. El cuerpo de la sonda aloja la boquilla de la sonda el introductor de la aguja, e incluye los conductos de gas envolvente y gas auxiliar.

El cuerpo de la sonda tiene entradas para los gases envolvente y auxiliar. El gas envolvente es el gas de nitrógeno coaxial interno que pulveriza (nebuliza) la solución de muestra como una fina nebulosa cuando sale del tubo de muestras de la aguja metálica (consulte la Figura 5). El gas auxiliar calentado es el gas de nitrógeno coaxial externo que ayuda al gas envolvente en la desolvatación de las soluciones de muestra (consulte la Figura 6). El gas auxiliar se calienta según pasa por un vaporizador. El vaporizador está aislado térmicamente del tubo de muestras para evitar el calentamiento directo de la solución de muestra. Puede controlar la temperatura del vaporizador desde el sistema de datos Xcalibur™. El intervalo de temperatura oscila entre la temperatura ambiente y 600 °C. Para conocer las temperaturas de funcionamiento y los ajustes de caudal de gas recomendados, consulte la Tabla 1 en la página 4.

Figura 5. Conducto de gas envolvente

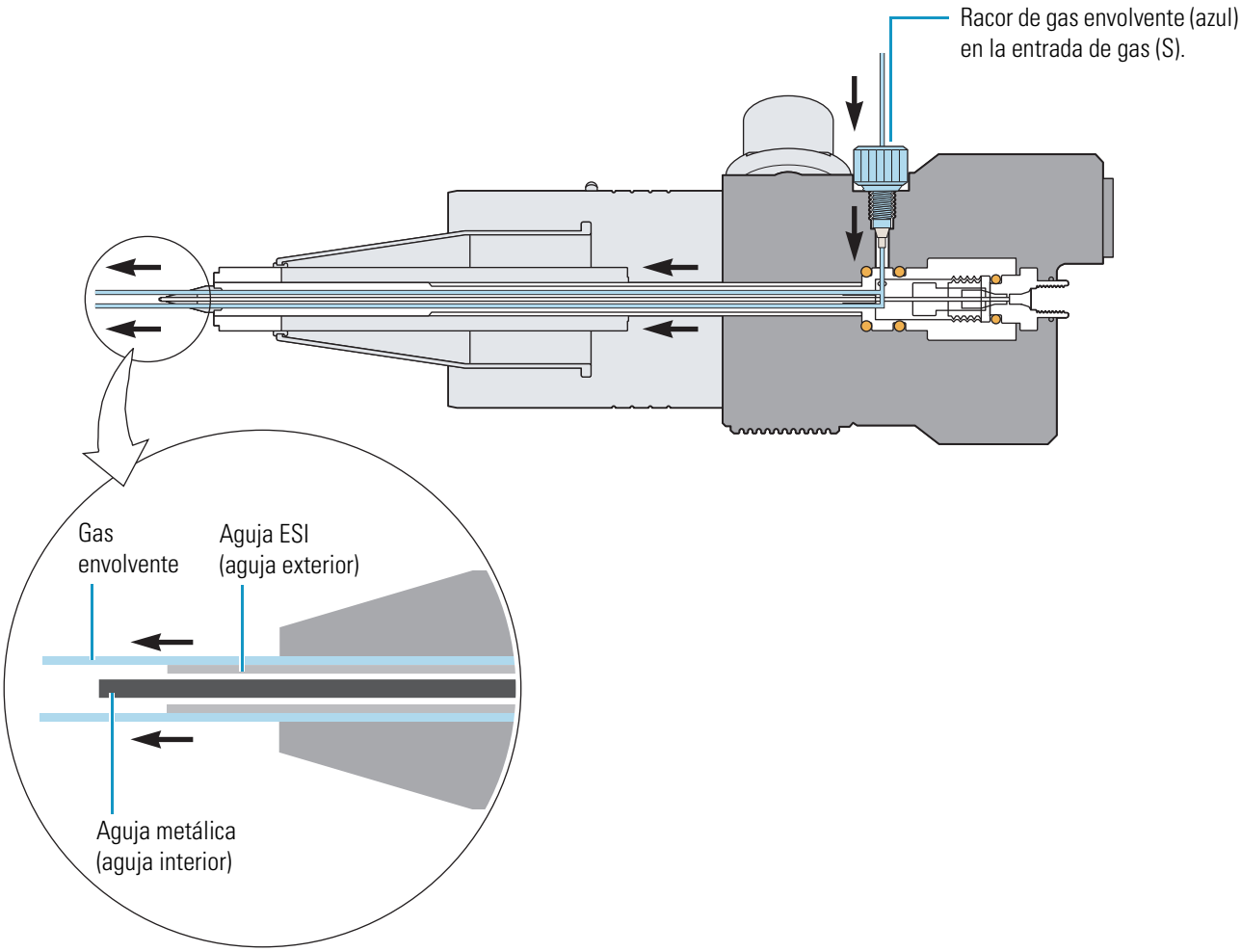
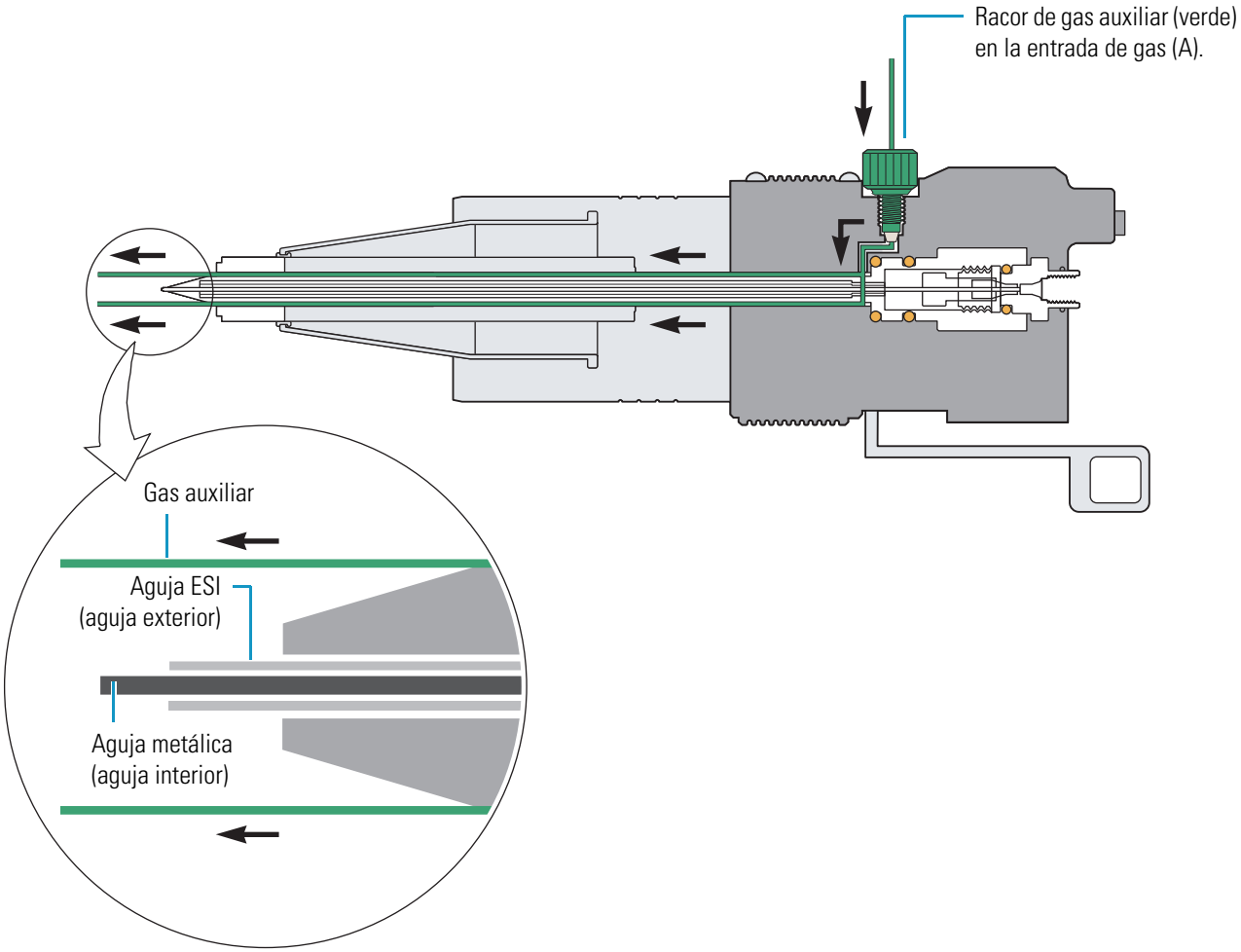

Racor de gas envolvente (azul) en la entrada de gas (S).
Gas envolvente
Aguja ESI (aguja exterior)
Aguja metálica (aguja interior)

Figura 6. Conducto de gas auxiliar



El ángulo de la sonda HESI-II se fija aproximadamente en 60 grados. Para ayudar a optimizar la estabilidad del espray, utilice tornillos de ajuste en el alojamiento de la fuente Ion Max con el fin de realizar pequeños cambios en la posición de la sonda. La pulverización off-axis, de ángulo fijo, ofrece estabilidad de la señal a largo plazo (solidez) para la mayoría de las soluciones que contienen componentes de matriz no volátiles, tampones de fase móvil o reactivos de emparejamiento de iones. Para obtener más información sobre el ajuste de la posición de la sonda, consulte el *manual de hardware de la fuente API Ion Max e Ion Max-S*.

Extracción e instalación de la sonda HESI-II

En este capítulo se describe cómo configurar la fuente API con la sonda HESI-II. Debe retirar la sonda HESI-II para realizar el mantenimiento de la sonda.

Nota Para instalar la sonda APCI, consulte el *manual de hardware de las fuentes API Ion Max e Ion Max-S*.

Contenido

- Extracción de la sonda HESI-II
- Instalación de la sonda HESI-II
- Ajuste de la posición de la sonda

Extracción de la sonda HESI-II

PRECAUCIÓN EVITE SUFRIR QUEMADURAS. A las temperaturas de funcionamiento típicas (350 a 450 °C), la sonda HESI-II puede ocasionarle quemaduras graves. Antes de retirar la sonda del alojamiento de la fuente API, deje que la sonda se enfríe a temperatura ambiente (durante aprox. 20 minutos) antes de tocarla.

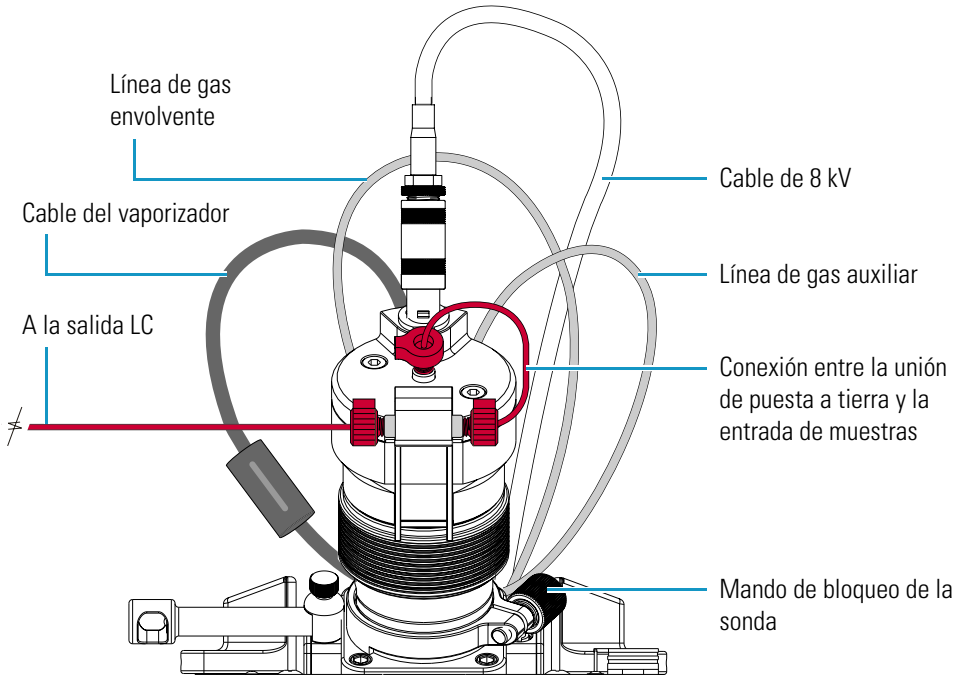
❖ Cómo retirar la sonda HESI-II del alojamiento de la fuente API

1. Coloque el espectrómetro de masas en el modo de espera (Standby) y, a continuación, deje que la sonda se enfríe a temperatura ambiente.

   Si ha estado funcionando a alta temperatura, espere aproximadamente 20 minutos a que la sonda alcance la temperatura ambiente. Si el espectrómetro de masas está conectado a un sistema LC, deje activado el flujo de disolvente de la bomba LC mientras la sonda se enfría a temperatura ambiente.

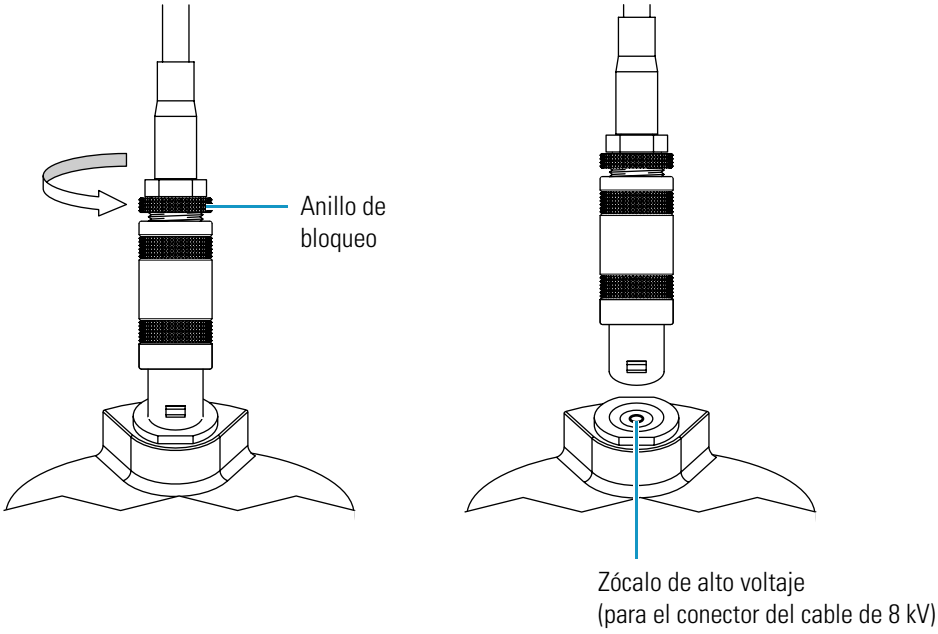
2. Si el espectrómetro de masas está conectado a un sistema LC, desactive el flujo de disolvente de la bomba LC y, a continuación, desconecte el tubo del lado izquierdo de la unión de la sonda HESI-II puesta a tierra (consulte la Figura 7 en la página 10).

Figura 7. Vista frontal de las conexiones de la sonda HESI-II


Línea de gas envolvente
Cable del vaporizador
A la salida LC
Cable de 8 kV
Línea de gas auxiliar
Conexión entre la unión de puesta a tierra y la entrada de muestras
Mando de bloqueo de la sonda

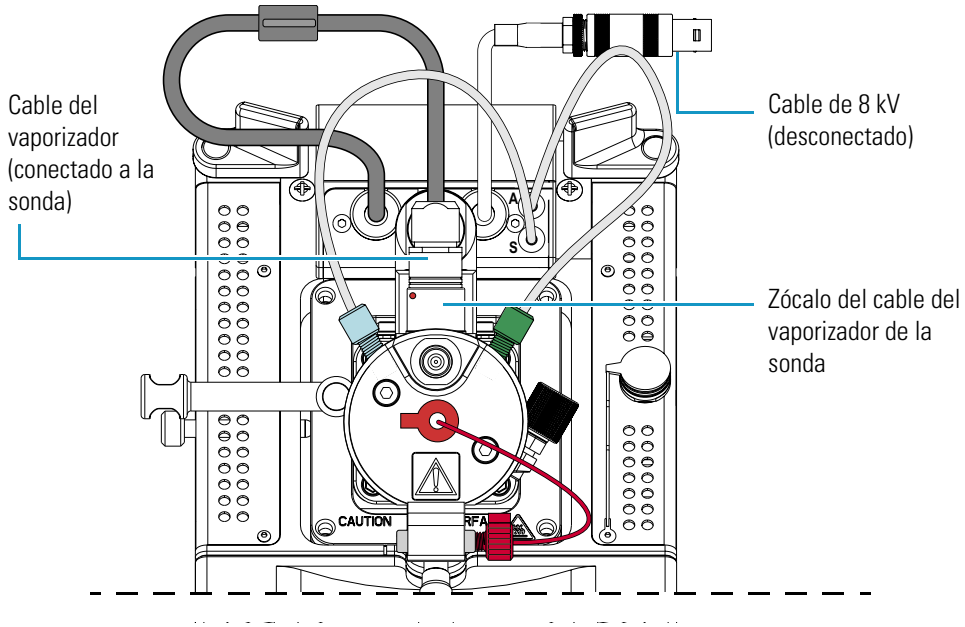
3. Desconecte el cable de 8 kV del receptáculo de alto voltaje de la sonda HESI-II tal como se indica a continuación (consulte la Figura 8 y laFigura 9):
   a. Desbloquee el cable girando el anillo de bloqueo en el sentido contrario a las agujas del reloj.
   b. Desconecte el cable de 8 kV del zócalo de alto voltaje de la sonda HESI-II.

Figura 8. Vista ampliada del conector del cable de 8 kV



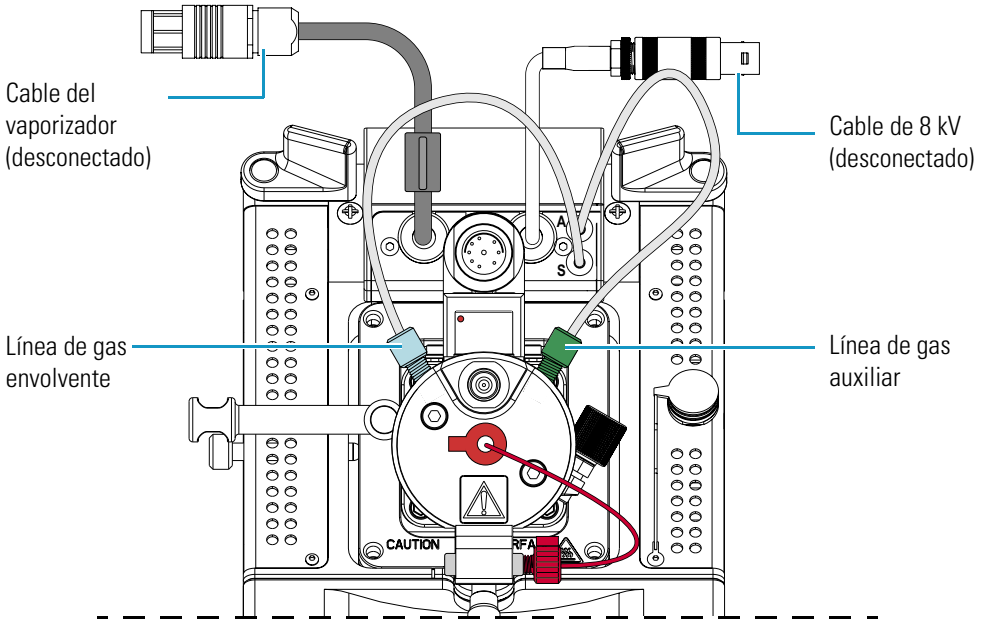
4. Desconecte el cable del vaporizador del zócalo del cable del vaporizador de la sonda HESI-II. Consulte la Figura 9 y la Figura 10.

Figura 9. Vista superior del alojamiento de la fuente API y de la sonda HESI-II



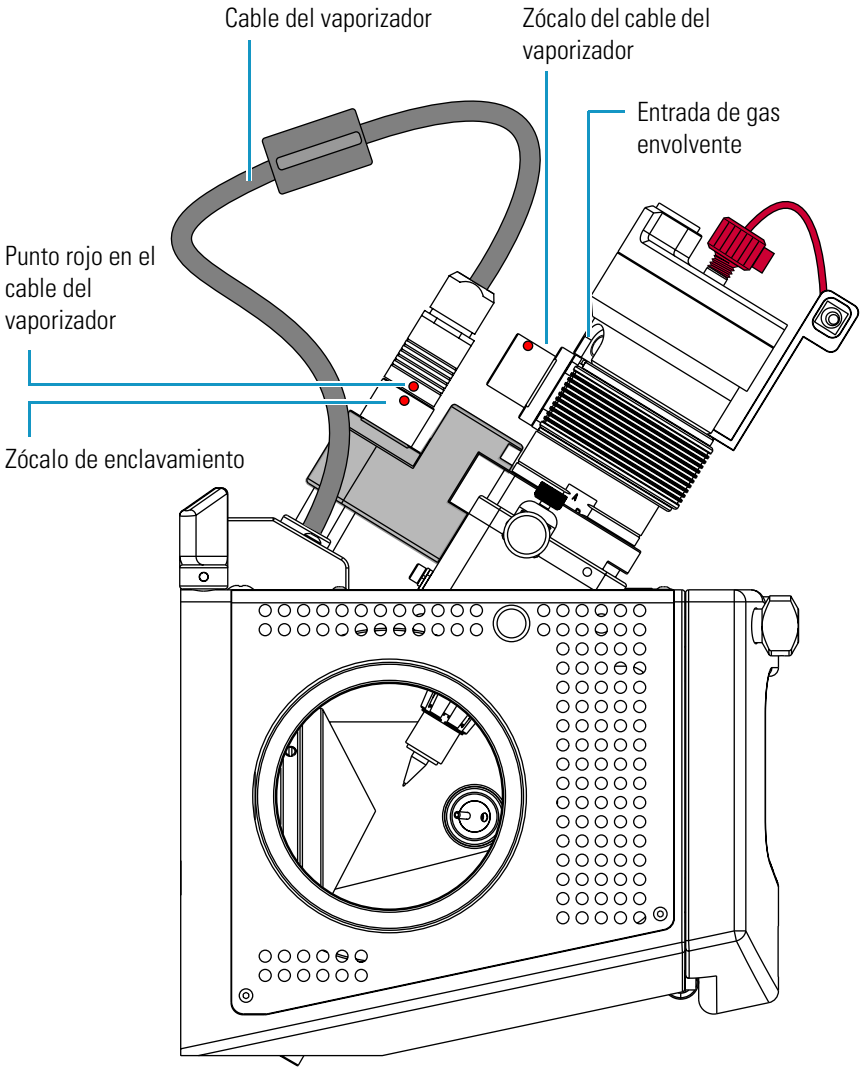
5. Desconecte el racor de gas auxiliar (verde) de la entrada de gas auxiliar (A) de la sonda. Consulte la Figura 10.
6. Desconecte el racor de gas envolvente (azul) de la entrada de gas envolvente (B) de la sonda. Consulte la Figura 10.

Figura 10. Vista superior en la que se muestran las líneas de gas auxiliar y envolvente conectadas a la sonda



7. Conecte el cable del vaporizador al zócalo de enclavamiento en el bloque de enclavamiento. Para alinear los pernos del zócalo, alinee el punto rojo del conector del cable del vaporizador con el punto rojo del zócalo de enclavamiento. Consulte la Figura 11.

Figura 11. Vista del lateral izquierdo del alojamiento de la fuente API


Cable del vaporizador
Zócalo del cable del vaporizador
Entrada de gas envolvente
Punto rojo en el cable del vaporizador
Zócalo de enclavamiento

8. Desbloquee el anillo de bloqueo de la sonda girando el mando de bloqueo de la sonda (consulte laFigura 7 en la página 10) en el sentido contrario a las agujas del reloj.
9. Cómo retirar la sonda del puerto en el alojamiento de la fuente API:
   a. Tire lentamente de la sonda para extraerla del puerto hasta que sienta la resistencia causada por el perno guía de la sonda al entrar en contacto con el bloqueo de enclavamiento.
   b. Gire la sonda en el sentido contrario a las agujas del reloj hasta que el perno guía esté liberado del bloqueo de enclavamiento.
   c. Cuando el perno guía esté libre del bloqueo de enclavamiento, tire de la sonda para extraerla del puerto.
10. Almacene la sonda HESI-II en su embalaje de entrega original.

Instalación de la sonda HESI-II

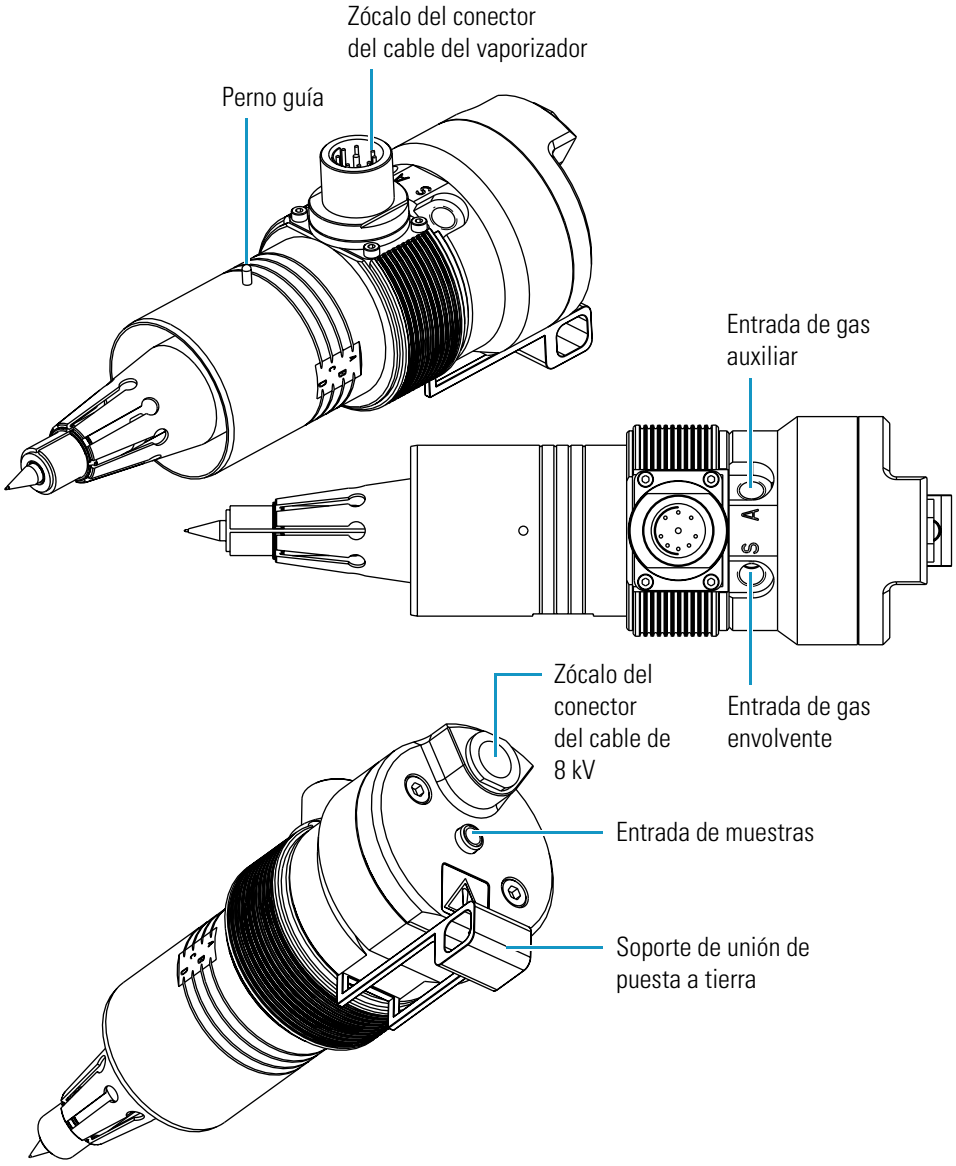
Nota Para retirar una sonda APCI o ESI, consulte el *manual de hardware de las fuentes API Ion Max e Ion Max-S*.

❖ Cómo instalar la sonda HESI-II

1. Retire la sonda HESI-II de su contenedor de almacenamiento. Revísela y límpiela cuando proceda.

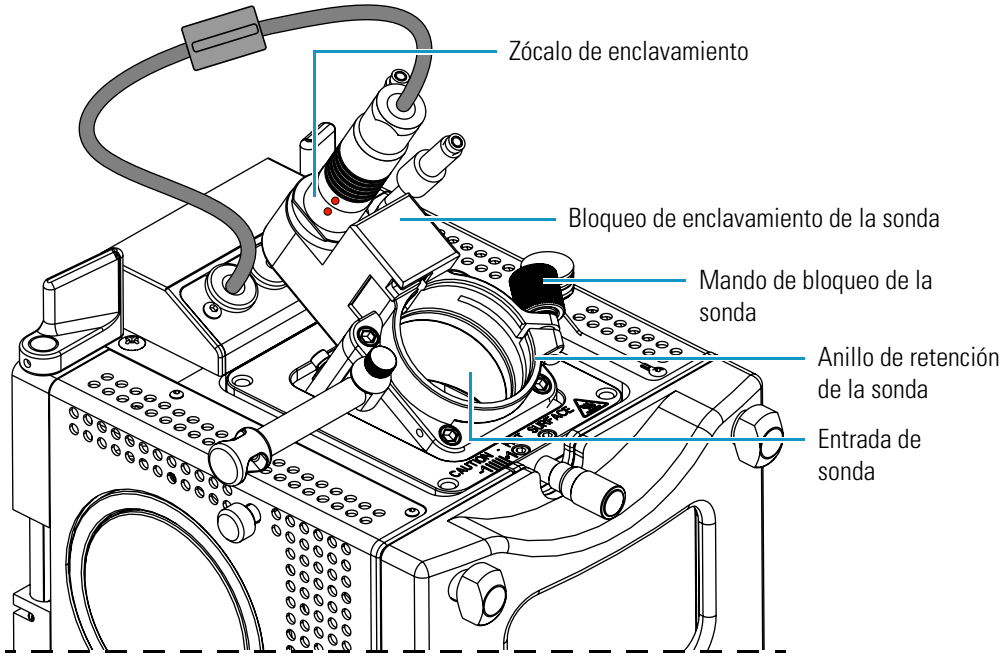
   La Figura 12 muestra las ubicaciones del perno guía de la sonda, el zócalo del conector del cable del vaporizador, las entradas del gas auxiliar y el gas envolvente, el zócalo del conector del cable de 8 kV, la entrada de muestras y el soporte de unión de puesta a tierra.

   Figura 12. Vistas de la sonda HESI-II vistas


Zócalo del conector del cable del vaporizador
Perno guía
Entrada de gas auxiliar
Zócalo del conector del cable de 8 kV
Entrada de gas envolvente
Entrada de muestras
Soporte de unión de puesta a tierra

2. Gire el botón de bloqueo de la muestra en el sentido contrario a las agujas del reloj hasta que el anillo de bloqueo de la muestra esté abierto al máximo. Consulte la Figura 13.

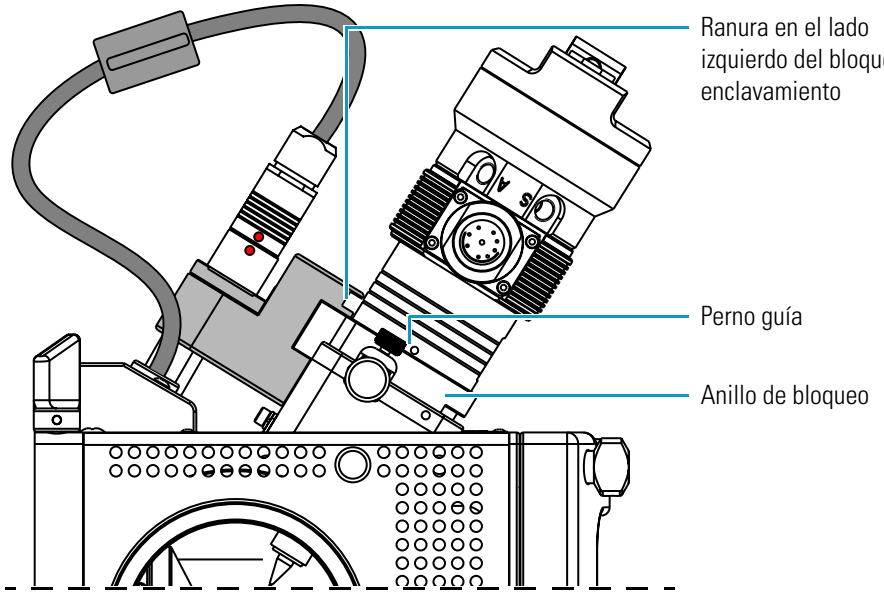
Figura 13. Alojamiento de la fuente API Ion Max sin una sonda


Zócalo de enclavamiento
Bloqueo de enclavamiento de la sonda
Mando de bloqueo de la sonda
Anillo de retención de la sonda
Entrada de sonda

3. Cómo colocar la sonda en el puerto de la sonda en el alojamiento de la fuente API:

   a. Si sostiene la sonda con la boquilla orientada hacia abajo y el perno guía orientado hacia la izquierda, inserte lentamente la sonda en el puerto hasta que el perno guía entre en contacto con el anillo de bloqueo en el alojamiento de la fuente API. Consulte la Figura 14.

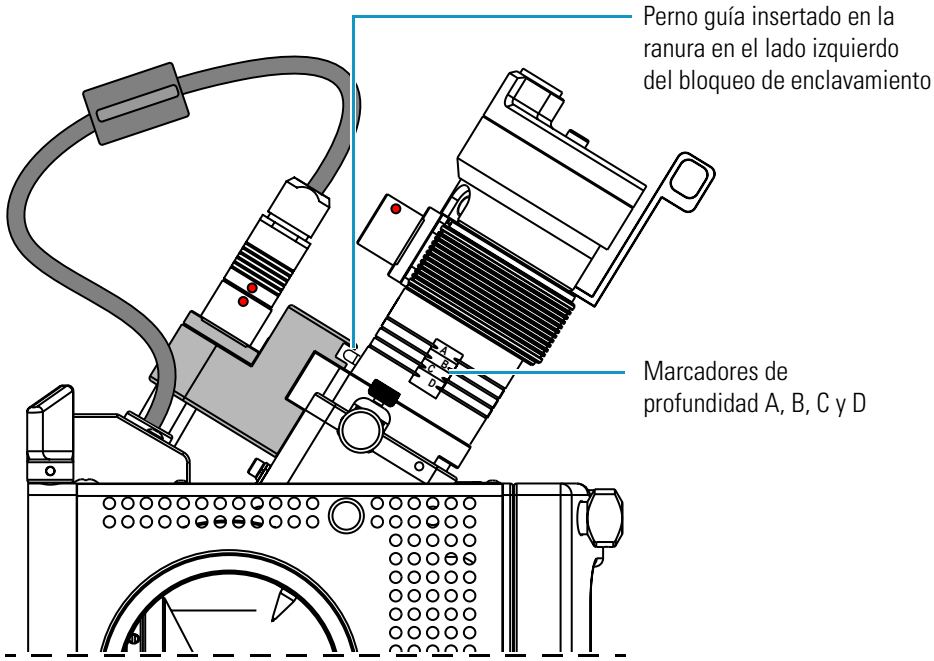
Figura 14. Vista del perno guía tocando el anillo de bloqueo



   b. Tire de la sonda ligeramente hacia arriba hasta que el perno guía esté nivelado con la ranura del lado izquierdo del bloqueo de enclavamiento. A continuación, gire la sonda en

el sentido de las agujas del reloj hasta que el perno guía encuentre la resistencia del bloqueo de enclavamiento. Consulte la Figura 15.

Figura 15. Vista del perno guía insertado en la ranura



c. Empuje la sonda hacia el interior del puerto hasta la profundidad apropiada indicada en los marcadores de profundidad A, B, C y D en la sonda.

   En el modo H-ESI, inserte la sonda a una profundidad de B, C o D. Para caudales altos de disolvente, ajuste la profundidad de la sonda de modo que la boquilla esté lejos de la interfaz de iones (profundidad C o D). A la inversa, para caudales bajos de disolvente, ajuste la profundidad de la sonda de modo que la boquilla esté cerca de la interfaz de iones (profundidad B o C).

4. Bloquee la sonda en su lugar girando el mando de bloqueo de la sonda (consulte la Figura 13 en la página 14) en el sentido de las agujas del reloj hasta que note resistencia.

5. Conecte las líneas de gas de nitrógeno a la sonda HESI-II tal como se indica a continuación (consulte la Figura 10 en la página 11):

   a. Conecte el racor del gas envolvente (azul) a la entrada de gas envolvente (S).

   b. Conecte el racor del gas auxiliar (verde) a la entrada de gas auxiliar (A).

6. Desconecte el conector del cable del vaporizador del zócalo de enclavamiento y, después, conéctelo al zócalo del conector del cable del vaporizador de la sonda HESI-II. Para alinear los pernos del conector con el zócalo, alinee el punto rojo del conector con el punto rojo del zócalo. La Figura 11 de la página 12 muestra los puntos de alineación rojos en el conector y en el zócalo.

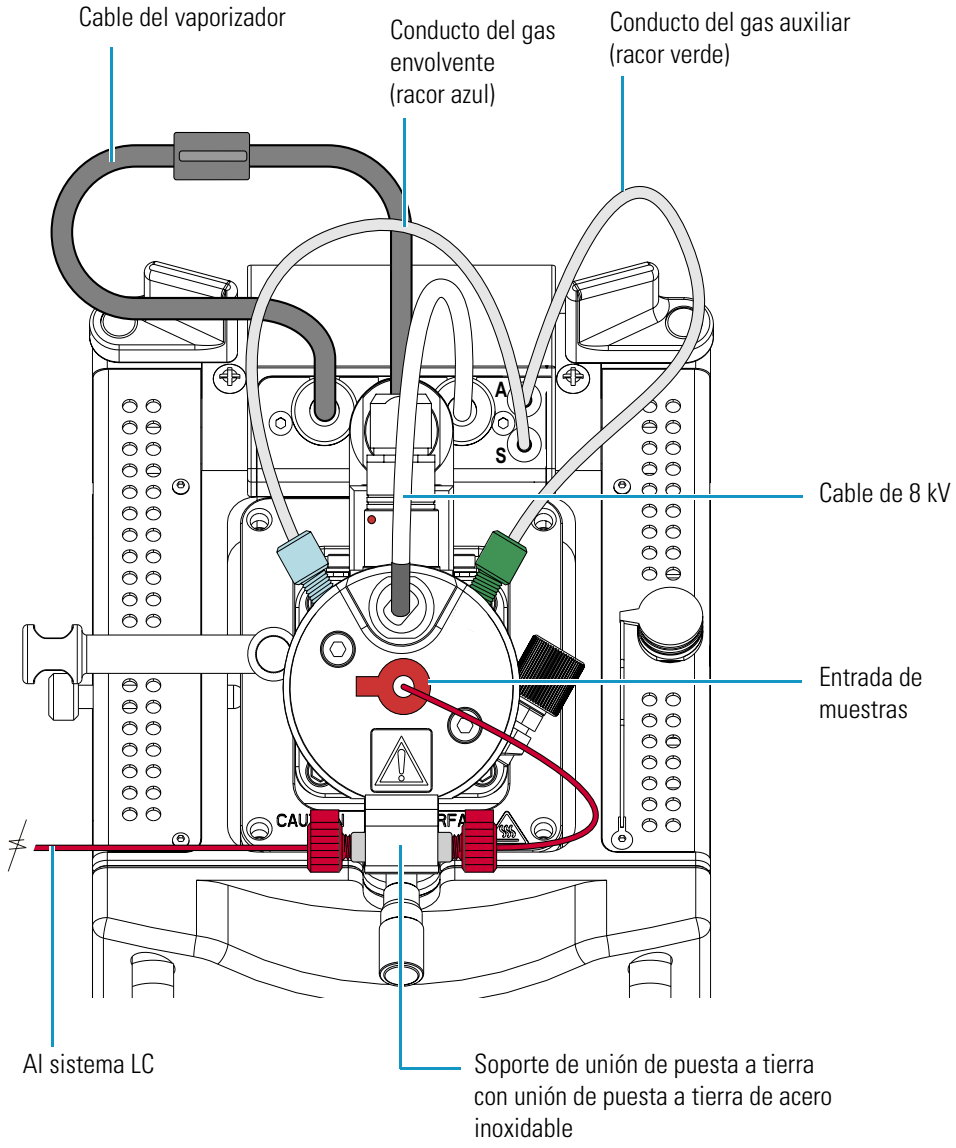
7. Conecte el conector del cable de 8 kV al zócalo del conector del cable de 8 kV de la sonda HESI-II. Apriete el anillo de bloqueo (consulte la Figura 8 de la página 10) del conector del cable de 8 kV.

8. Asegúrese de que la unión de puesta a tierra (racor ZDV de acero inoxidable) está asentado en el soporte de unión de puesta a tierra de la sonda HESI-II.

9. Utilizando dos racores apretados a mano, conecte una longitud corta del tubo PEEK rojo a la derecha de la unión de puesta a tierra y a la entrada de muestras de la sonda.
10. Utilizando dos racores apretados a mano, conecte una longitud del tubo PEEK rojo a la salida LC y a la izquierda de la unión de puesta a tierra.

La Figura 16 muestra la sonda HESI-II instalada en la fuente API Ion Max.

Figura 16. Sonda HESI-II instalada en el alojamiento de la fuente API Ion Max


Cable del vaporizador
Conducto del gas envolvente (racor azul)
Conducto del gas auxiliar (racor verde)
Cable de 8 kV
Entrada de muestras
Al sistema LC
Soporte de unión de puesta a tierra con unión de puesta a tierra de acero inoxidable

Nota Antes de analizar las muestras, cambie el modo de fuentes de iones en TSQ EZ Tune eligiendo la opción **Setup > Change Ion Source > HESI** (Configurar - Cambiar fuentes de iones - HESI)

Ajuste de la posición de la sonda

Para aumentar al máximo la sensibilidad, puede ajustar la profundidad de la sonda. Si tiene el alojamiento de la fuente API Ion Max, también puede ajustar la posición lado a lado y de delante atrás en unos pocos milímetros.

Para obtener resultados óptimos, siga las directrices de la Tabla 2 como punto de partida. Estas directrices están basadas en el caudal de líquido de su aplicación.

Tabla 2. Directrices para la posición de la sonda

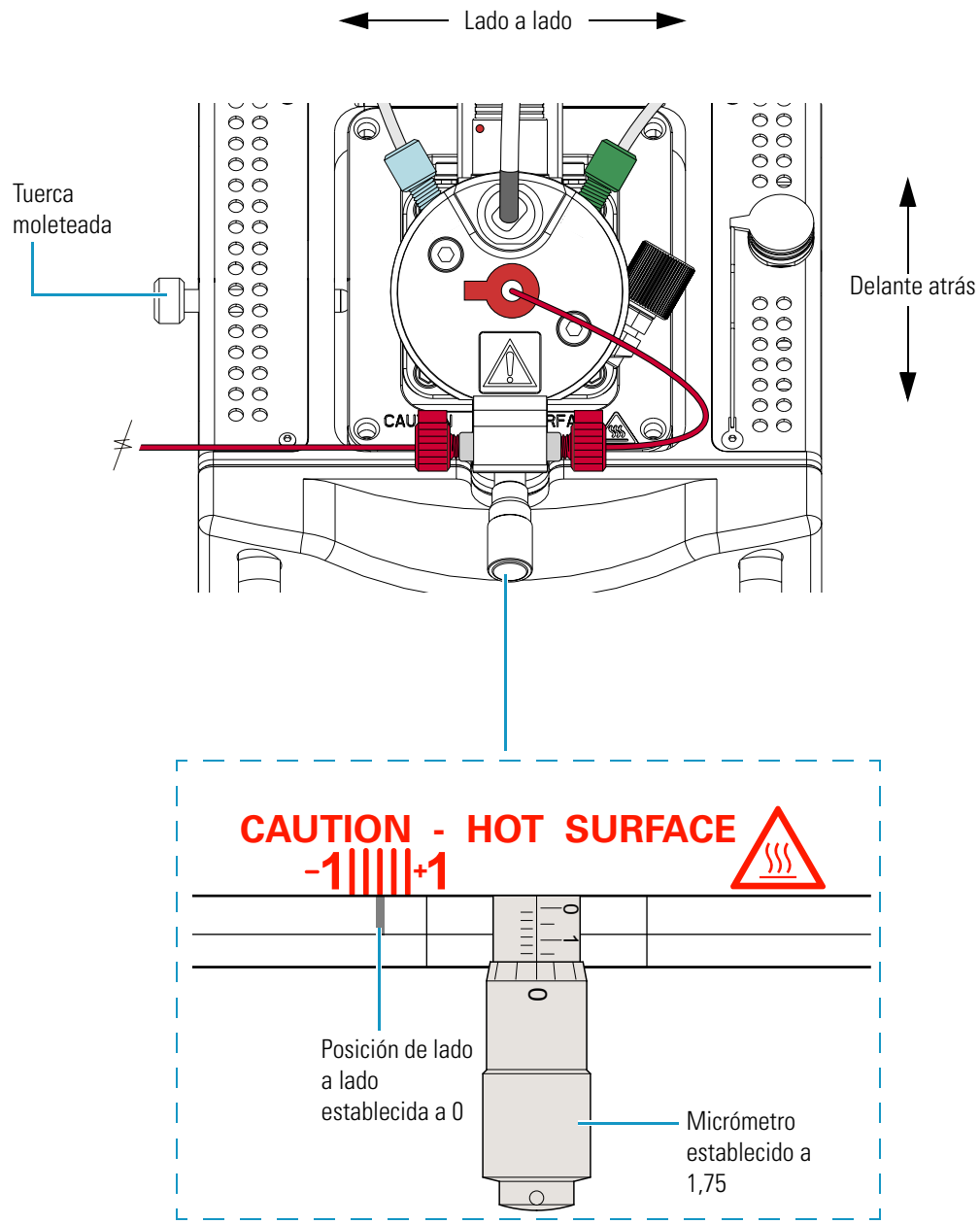
Intervalo de caudal de líquido (µl/min)	Posición de delante atrás (ajuste del micrómetro)	Profundidad de la sonda (profundidad de la línea de la sonda)	Posición de lado a lado (marcas +1 a -1)
Entre 1 y 50	1,75*	B	0
Entre 50 y 2000	1,75	C	0

*Totalmente girado a la derecha

❖ Cómo ajustar la posición de la sonda

- Usando el micrómetro de la parte delantera del alojamiento de la fuente Ion Max, ajuste la posición de la sonda de delante atrás (consulte la Figura 17).
- Utilizando la tuerca moleteada del lado izquierdo y los marcadores +1 a -1 de la parte superior delantera del alojamiento de la fuente Ion Max, ajuste la posición de la sonda de lado a lado (consulte la Figura 17).
- Utilizando los marcadores A, B, C y D de la sonda como guía, ajuste la profundidad de la sonda (consulte la Figura 15 en la página 15).

Figura 17. Vista superior del alojamiento de la fuente Ion Max con una sonda HESI-II



Mantenimiento

La sonda HESI-II requiere un mantenimiento mínimo. Si el tubo de muestras de la aguja metálica está conectado, es preciso reemplazar el introductor de la aguja. Para hacerlo, se necesita desmontar parcialmente la sonda.

Nota Para obtener óptimos resultados, limpie la sonda HESI-II al final de cada jornada utilizando una solución de agua destilada y metanol de grado HPLC al 50% desde el LC atravesando la sonda HESI-II.

IMPORTANTE Para obtener óptimos resultados, evite utilizar la HESI-II a temperaturas elevadas sin un flujo de disolvente. Si deja que la sonda HESI-II funcione en seco a temperaturas elevadas, puede producirse obstrucción de la aguja metálica reemplazable.

IMPORTANTE Para obtener los mejores resultados, lleve siempre guantes limpios cuando maneje los componentes de la sonda HESI-II.

PRECAUCIÓN EVITE SUFRIR QUEMADURAS. A las temperaturas de funcionamiento, el vaporizador puede ocasionarle quemaduras muy graves. El vaporizador suele funcionar entre 350 y 450 °C. Deje siempre que el vaporizador calentado se refrigere a temperatura ambiente (durante aprox. 20 min) antes de retirarla o de tocar la sonda HESI-II.

Contenido

- Limpieza de la línea de transferencia, el tubo de muestras y la sonda HESI-II
- Sustitución del introductor de la aguja

Limpieza de la línea de transferencia, el tubo de muestras y la sonda HESI-II

Para obtener óptimos resultados, lave la línea de transferencia de muestras, el tubo de muestras y la sonda HESI-II durante 15 minutos al final de cada jornada (o más a menudo, si sospecha que estos elementos pudieran estar contaminados). Use una solución de metanol y agua destilada al 50% desde el sistema LC a través de la superficie API. Pasados 15 minutos, desactive el flujo de líquido del LC a la fuente API, pero mantenga esta última activada (incluido el gas envolvente y el gas auxiliar) durante 5 minutos más. Consulte el capítulo de operaciones diarias en el manual de hardware del espectrómetro de masas.

Sustitución del introductor de la aguja

Si la aguja metálica está conectada, puede reemplazar el introductor de la aguja. El siguiente procedimiento describe cómo reemplazar el introductor de la aguja.

El introductor de la aguja se monta en fábrica y consta de una unión ajustable, un racor guía para la aguja, una guarnición metálica, una junta tórica, una aguja ESI y una aguja metálica (consulte la Figura 18). La guarnición metálica está estampada en la aguja ESI. Ajustada en fábrica, la aguja metálica sobresale 0,5 mm del final de la aguja ESI (consulte la Figura 19).

IMPORTANTE Como la parte saliente de la aguja metálica de la aguja ESI se ajusta en fábrica, no debe desmontar el introductor de la aguja.

Figura 18. Vista despiezada del introductor de la aguja

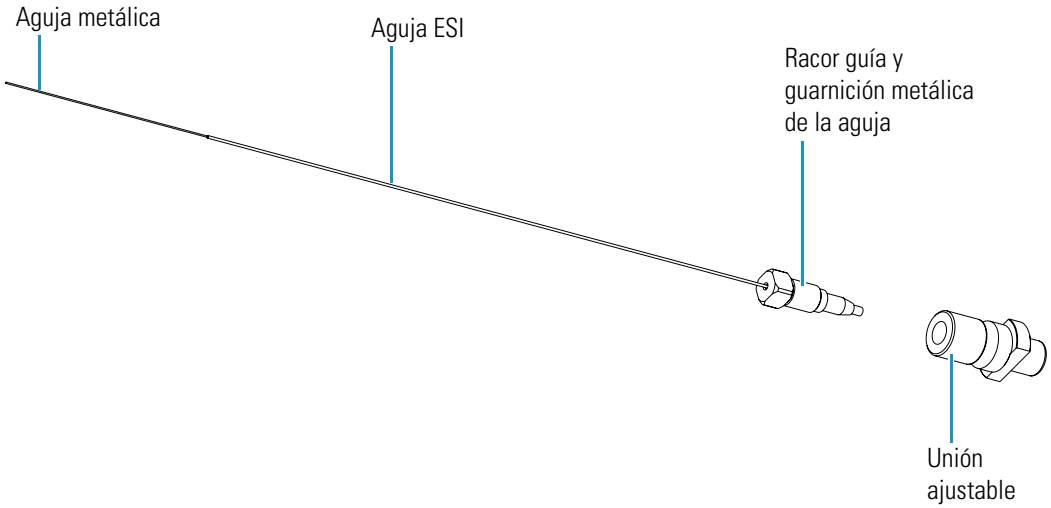
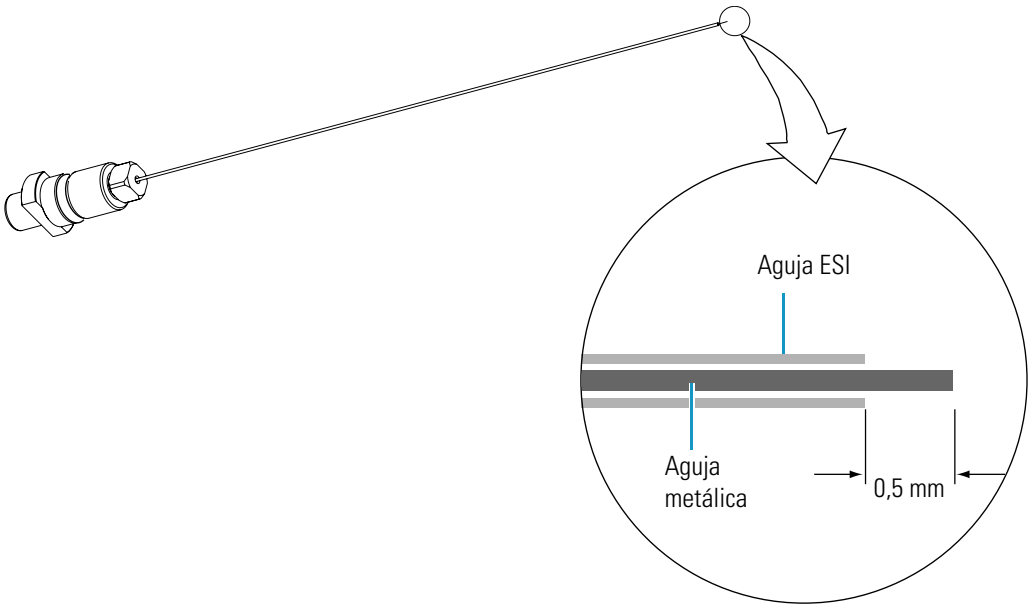


Figura 19. Introductor de la aguja metálica con una vista ampliada de la punta de la aguja de acero inoxidable



Para admitir caudales de 1 a 2000 µl/min, Thermo Fisher Scientific ofrece dos introductores de aguja para la sonda HESI-II. La diferencia entre los dos introductores es el tamaño de la aguja de metal y la guarnición metálica de soporte (Tabla 3).

Tabla 3. Introductores de aguja

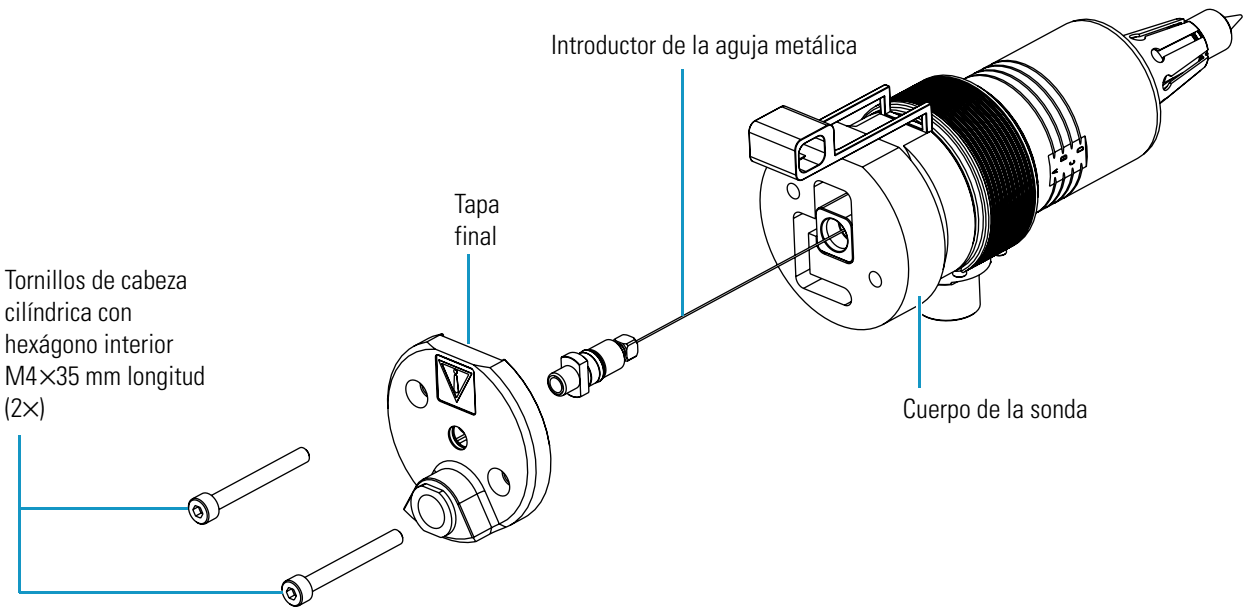
Descripción	Aguja metálica	Guarnición metálica	Intervalo de caudal
Introductor de aguja calibre 32, sonda HESI-II	0,004 pulg de diámetro int. 0,009 pulg de diámetro ext.	0,4 mm agujero recto	5 a 2000 µl/min
Introductor de aguja calibre 34, sonda HESI-II	0,003 pulg de diámetro int. 0,007 pulg de diámetro ext.	0,2 mm agujero recto	1 a 10 µl/min

Para reemplazar el introductor de aguja, necesita una llave hexagonal de 3 mm (7/64 pulg) o un destornillador adecuado.

❖ Cómo reemplazar el introductor de la aguja

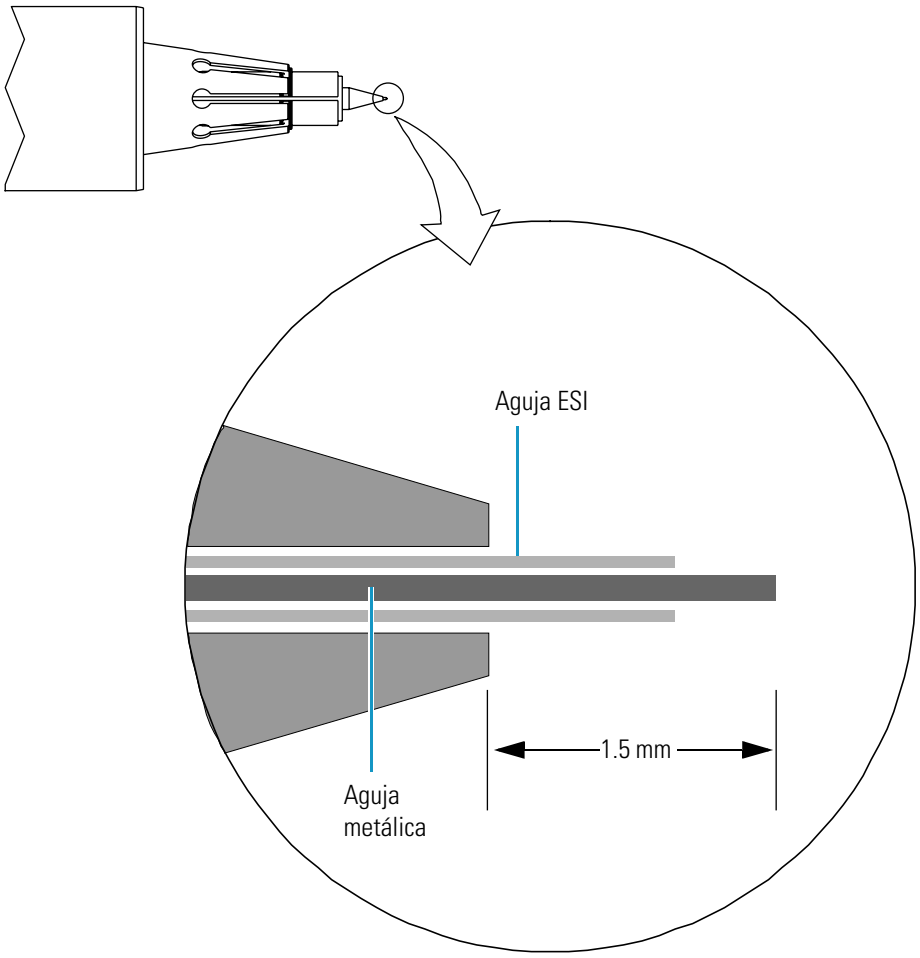
1. Retire la sonda HESI-II de la fuente Ion Max API (consulte "Extracción de la sonda HESI-II" en la página 9).
2. Desatornille el racor manualmente del puerto de entrada de muestras (consulte la Figura 16 en la página 16).
3. Retire el introductor de la aguja de la sonda tal como se indica a continuación (consulte la Figura 20):
   a. Utilice una llave hexagonal o un destornillador adecuado de 3-mm (7/64 pulg) para quitar los dos tornillos de cabeza cilíndrica con hexágono interior M4×35 mm de longitud.
   b. Tire de la tapa final de la sonda.
   c. Desatornille el introductor de la aguja y, a continuación, extráigalo del cuerpo de la sonda.

Figura 20. Vista despiezada de la sonda HESI-II


Introductor de la aguja metálica
Tapa final
Tornillos de cabeza cilíndrica con hexágono interior M4×35 mm longitud (2×)
Cuerpo de la sonda

4. Introduzca un nuevo introductor de la aguja en el cuerpo de la sonda.
5. Apriete manualmente el racor de unión ajustable (consulte la Figura 18 en la página 20) hasta que la punta del introductor sobresalga de la boquilla de la sonda en 1,5 mm (consulte la Figura 21).

Figura 21. Vista ampliada de la boquilla de la sonda



6. Posición de la tapa final en el cuerpo de la sonda.
7. Inserte los dos tornillos de cabeza cilíndrica con hexágono interior M4×35 mm de longitud en la tapa final y, a continuación, apriételos con una llave hexagonal de 3 mm (7/64 pulg) mediante el uso de una llave hexagonal o un destornillador adecuado.
8. Vuelva a instalar la sonda HESI-II (consulte "Instalación de la sonda HESI-II" en la página 13).

Piezas reemplazables

Utilice los siguientes números de pieza si necesita pedir repuestos y consumibles para la sonda HESI-II.

Puede solicitar estas piezas directamente a Thermo Fisher Scientific.

Kit de la sonda HESI-II . . . . . OPTON 20037
Introductor de la aguja de alto caudal . . . . . OPTON 53010
Introductor de la aguja de bajo caudal . . . . . OPTON 53011

El kit de la sonda HESI-II incluye la sonda HESI-II con un introductor de aguja que se monta en fábrica. El introductor de la aguja metálica de alto caudal es adecuado para caudales iguales o superior a 5 µl/min. Para aplicaciones de bajo caudal, solicite el conjunto del introductor de la aguja de bajo caudal Para obtener más información sobre los introductores de aguja, consulte la Tabla 3 en página 21.

Puede solicitar estas piezas a Upchurch Scientific; no obstante, estos números de pieza están sujetos a cambio sin previo aviso.

Racor, apriete manual, una pieza, para 1/16 pulg de diámetro exterior en tubo de alta presión F-120
Racor, apriete manual con un ala, dos piezas, PEEK rojo, para 1/16 pulg de diámetro exterior en tubo de alta presión. F-200
Unión, acero inoxidable, para 1/16 pulg de diámetro exterior en tubo de alta presión U-435

Índice analítico

A

aguja ESI, tensiones 6
anillo de bloqueo, cable de 8 kV 10

B

bloqueo en la aguja metálica, frecuente 19

D

diagrama del conducto de gas auxiliar 8
diagrama del conducto de gas envolvente 7

E

electrospray, normas para un buen electrospray 4

F

figuras
  aguja ESI y saliente de la aguja metálica 6
  componentes extraíbles de la sonda HESI-II 5
  conducto de gas auxiliar 8
  conducto de gas envolvente 7
  Fotografía de la sonda HESI-II 1
  Proceso H-ESI 3

G

gas auxiliar calentado, descripción 7

H

H-ESI
  normas para un buen electrospray 4
  proceso, descripción 1

I

introductor de la aguja, intervalo de caudal 21

M

mantenimiento
  limpieza del tubo de muestras y de la línea de transferencia 19
  sustitución del introductor de la aguja metálica 20
marcadores de alineación rojos 12
marcadores de profundidad en el cuerpo de la sonda 15
micrómetro, Ion Max 18

P

piezas reemplazables 25
posición de la sonda de delante atrás 17
posición de la sonda de lado a lado 17
posición de la sonda, ajuste 17
PRECAUCIONES
  evitar quemaduras, vaporizador de la sonda HESI-II 19
  Evite una descarga eléctrica viii
precauciones de seguridad para utilizar la sonda HESI-II vii
procedimiento de limpieza 19

S

sonda HESI-II
  descripción del funcionamiento 5
  extracción 9
  figura 13
  fotografía 1
  instalación 13
  lavado 19
  piezas reemplazables 25
  vaporizador, evitar quemaduras (PRECAUCIÓN) 19

T

tensiones, aguja ESI 6